

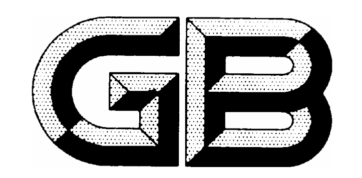
GB 28131 (2011) (Chinese): Deltamethrin technical material



BLANK PAGE



ICS 65.100.10
G25



中华人民共和国国家标准

GB XXXXX—XXXX

溴氰菊酯原药

Deltamethrin technical material

（报批稿）

XXXX－XX－XX 发布　　XXXX－XX－XX 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会　发布

前　　言

本标准的第3章、第5章是强制性的，其余是推荐性的。

本标准按照GB/T 1.1-2009给出的规则起草。

本标准使用重新起草法修改采用FAO规格333/TC(May 2005)《溴氰菊酯原药》（Deltamethrin technical material）。

本标准与FAO规格《溴氰菊酯原药》（Deltamethrin technical material）的主要技术差异及原因：

——本标准增加了对干燥减量和pH值范围两项指标的控制,技术指标更加全面,FAO规格未控制这两项指标。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利，本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国农药标准化技术委员会(SAC/TC 133)归口。

本标准负责起草单位：沈阳化工研究院有限公司。

本标准参加起草单位：江苏扬农化工股份有限公司。

本标准主要起草人：梅宝贵、邢红、黎娜、刘卫荣。

溴氰菊酯原药

1 范围

本标准规定了溴氰菊酯原药的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮运和验收期。

本标准适用于由溴氰菊酯及其生产中产生的杂质组成的溴氰菊酯原药。

注：溴氰菊酯的其他名称、结构式和基本物化参数参见附录A。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 1601 农药 pH值的测定方法

GB/T 1604 商品农药验收规则

GB/T 1605—2001 商品农药采样方法

GB 3796 农药包装通则

3 要求

3.1 外观

白色结晶粉末。

3.2 技术指标

溴氰菊酯原药还应符合表1要求。

表1 溴氰菊酯原药控制项目指标

项 目		指 标
溴氰菊酯质量分数/%	≥	98.5
干燥减量质量分数/%	≤	0.5
pH 值范围		4.0～7.0

4 试验方法

4.1 抽样

按GB/T 1605-2001中“商品原药采样”方法进行。用随机数表法确定抽样的包装件，最终抽样量应不少于100 g。

4.2 鉴别试验

高效液相色谱法──本鉴别试验可与溴氰菊酯质量分数的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下，试样溶液中某色谱峰的保留时间与标样溶液中溴氰菊酯的保留时间，其相对差值应在1.5% 以内。

红外光谱法──试样与溴氰菊酯标样在4000 cm^{-1}～400 cm^{-1}范围内的红外吸收光谱图应无明显差异。溴氰菊酯标样红外光谱图见图1。

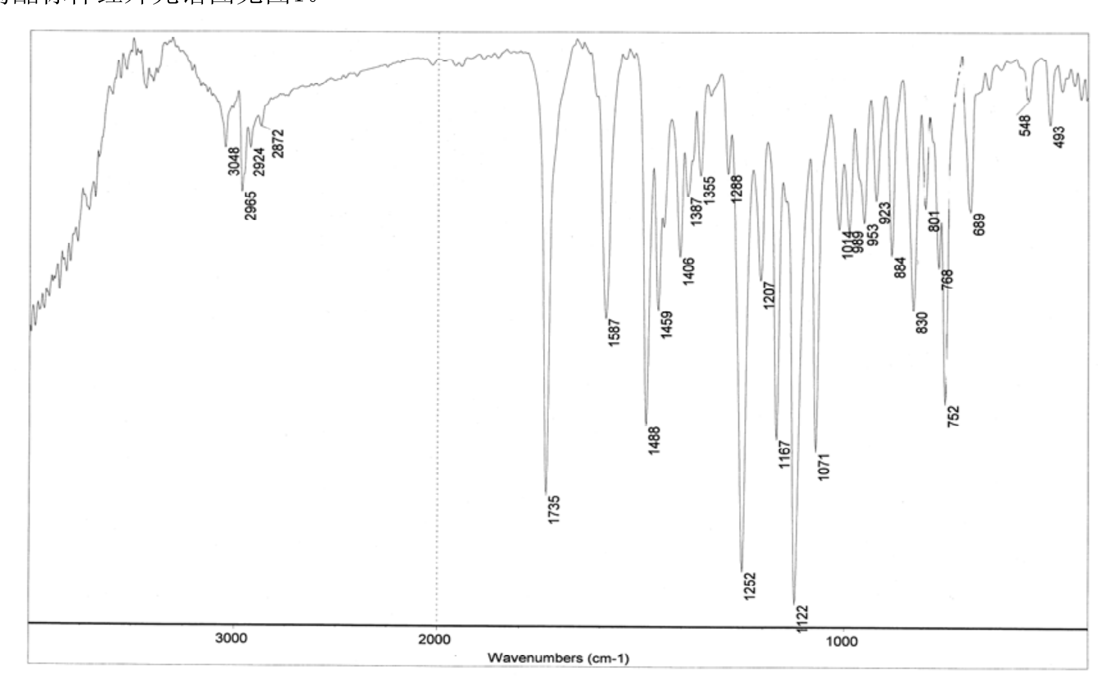


图1　溴氰菊酯标样的红外光谱图

4.3　溴氰菊酯质量分数的测定

4.3.1　方法提要

试样用流动相溶解，以异辛烷＋二氧六环为流动相，使用以 Zorbax RX-Sil为填料的不锈钢柱和紫外检测器(254 nm)，对试样中的溴氰菊酯进行正相高效液相色谱分离，外标法定量。

4.3.2　试剂和溶液

异辛烷；
二氧六环；
溴氰菊酯标样：已知溴氰菊酯质量分数，$\omega \geq 99.0\%$。

4.3.3　仪器

高效液相色谱仪：具有紫外可变波长检测器；
色谱数据处理机；
色谱柱：250 mm ×4.6 mm(i.d.)不锈钢柱，内装 Zorbax RX-Sil、5 μm 填充物；
过滤器：滤膜孔径约0.45 μm；
微量进样器：50 μL；
定量进样管：10 μL；
超声波清洗器。

4.3.4　高效液相色谱操作条件

流动相： ψ(异辛烷:二氧六环)=90:10，经滤膜过滤，并进行脱气；

流速：1.0 mL/min；

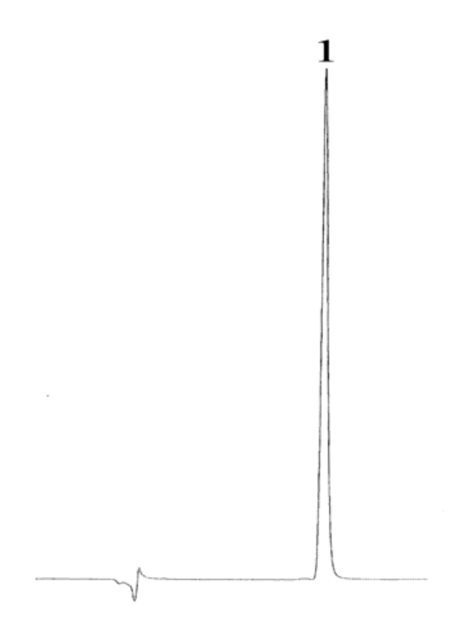
柱温：室温；

检测波长：254 nm；

进样体积：10 μL；

保留时间：溴氰菊酯 约5.4 min。

上述操作参数是典型的，可根据不同仪器特点，对给定的操作参数作适当调整，以期获得最佳效果。典型的溴氰菊酯原药正相高效液相色谱图见图2。



1—溴氰菊酯。

图2　溴氰菊酯原药的正相高效液相色谱图

4.3.5　测定步骤

4.3.5.1　标样溶液的制备

称取溴氰菊酯标样0.05 g(精确至0.000 2 g)，置于50 mL容量瓶中，加流动相振摇使之溶解，用流动相稀释至刻度，摇匀。

4.3.5.2　试样溶液的制备

称取含溴氰菊酯0.05 g的试样(精确至0.000 2 g)，置于50 mL容量瓶中，加流动相振摇使之溶解，用流动相稀释至刻度，摇匀。

4.3.5.3　测定

在上述操作条件下，待仪器稳定后，连续注入数针标样溶液，直至相邻两针溴氰菊酯峰面积相对变化小于1.2%后，按照标样溶液、试样溶液、试样溶液、标样溶液的顺序进行测定。

4.3.6　计算

将测得的两针试样溶液以及试样前后两针标样溶液中溴氰菊酯峰面积分别进行平均。试样中溴氰菊酯质量分数按式(1)计算：

$$\omega_1 = \frac{A_2 \cdot m_1 \cdot \omega}{A_1 \cdot m_2} \quad \cdots\cdots (1)$$

式中：

ω_1 ——试样中溴氰菊酯质量分数，以 % 表示；

A_2 ——试样溶液中溴氰菊酯峰面积的平均值；

m_1 ——溴氰菊酯标样的质量，单位为克(g)；

ω ——溴氰菊酯标样中溴氰菊酯质量分数，以 % 表示；

A_1 ——标样溶液中溴氰菊酯峰面积的平均值；

m_2 ——试样的质量，单位为克(g)。

4.3.7 允许差

溴氰菊酯质量分数两次平行测定结果之差应不大于1.2%，取其算术平均值作为测定结果。

4.4 干燥减量质量分数的测定

4.4.1 仪器

烘箱：80 ℃±2 ℃；
称量瓶：内径70 mm，高40 mm；
干燥器。

4.4.2 测定步骤

将称量瓶放入烘箱中烘1 h，取出置于干燥器内冷却至室温，称量(精确至0.000 2 g)。重复上述步骤，直至称量瓶恒重为止。在瓶内放置2 g试样，铺平，称量(精确至0.01 g)，将称量瓶放入烘箱，不加盖，烘2 h后，取出并放入干燥器中冷却至室温，称量(精确至0.000 2 g)。

4.4.3 计算

试样的干燥减量质量分数按式(2)计算：

$$\omega_2 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \quad \cdots\cdots (2)$$

式中：
ω_2 ——试样的干燥减量质量分数，以 % 表示；
m_1——试样和称量瓶烘干前的质量，单位为克(g)；
m_2——试样和称量瓶烘干后的质量，单位为克(g)；
m ——试样的质量，单位为克(g)。

4.4.4 允许差

两次平行测定结果之相对偏差应不大于30%；取其算术平均值作为测定结果。

4.5 pH值的测定

按GB/T 1601 进行。

4.6 产品的检验与验收

应符合GB/T 1604 的规定。极限数值的处理采用修约值比较法。

5 标志、标签、包装、贮运、安全和验收期

5.1 标志、标签、包装

溴氰菊酯原药的标志、标签、包装应符合GB 3796的规定；溴氰菊酯原药应用清洁、干燥的聚氨酯桶包装，每桶净含量应不大于200 kg；根据用户要求或订货协议可采用其他形式的包装，但需符合GB 3796的规定。

5.2 贮运

溴氰菊酯原药包装件应贮存在通风、干燥的库房中；贮运时，严防潮湿和日晒，不得与食物、种子、饲料混放，避免与皮肤、眼睛接触，防止由口鼻吸入。

5.3 安全

溴氰菊酯为中等毒性的拟除虫菊酯类杀虫剂，吸入或接触均有毒，误服可能致命，接触会引起眼痛、皮肤过敏。使用本品时应穿戴防护用品，施药后应用肥皂洗净。本品无特效解毒药，主要是彻底清除毒物和对症治疗。

5.4 验收期

溴氰菊酯原药验收期为1个月。从交货之日起，在一个月内完成产品质量验收，其各项指标均应符合标准要求。

附 录 A
（资料性附录）
溴氰菊酯的其他名称、结构式和基本物化参数

本产品有效成分溴氰菊酯的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

ISO通用名称：Deltamethrin

CIPAC数字代码：333

化学名称：(S)-α-氰基-3-苯氧基苄基(1R,3R)-3-(2,2-二溴乙烯基)-2,2-二甲基环丙烷羧酸酯

结构式:

实验式：$C_{22}H_{19}Br_2NO_3$

相对分子质量：505.2

生物活性：杀虫剂

熔点（℃）： 98～101

蒸汽压(25 ℃)：2.0×10^{-6} Pa

溶解性（g/L，20 ℃）：水 小于2×10^{-6}，丙酮 450,二氯甲烷 700，环己烷 750,二甲基甲酰胺 450,二氧六环 900

稳定性：对光、热较稳定，在中性及微酸性介质中稳定，碱性条件下易分解